(12) DEMANDE ÎNTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle

Bureau international



(43) Date de la publication internationale 18 mars 2004 (18.03.2004)

PCT

(10) Numéro de publication internationale WO 2004/022793 A3

- (51) Classification internationale des brevets⁷: C21D 8/02, C22C 38/04, 38/12, C23C 2/06
- (21) Numéro de la demande internationale : PCT/FR2003/002641
- (22) Date de dépôt international:

4 septembre 2003 (04.09.2003)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

- (30) Données relatives à la priorité : 02/11040 6 septembre 2002 (06.09.2002) FI
- (71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US): USI-NOR [FR/FR]; Immeuble "La Pacific", La Défense 7, 11/13, cours Valmy, F-92800 Puteaux (FR).
- (72) Inventeurs; et
- (75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement): MOULIN, Antoine [FR/FR]; 49, rue des Allemands, F-57000 Metz (FR). LAPOINTE, Jean-Luc [FR/FR]; 17, rue Clément Humbert, F-54800 Jarny (FR).
- (74) Mandataire: PLAISANT, Sophie; Usinor DIR PI, Immeuble "La Pacific", TSA 10001, F-92070 La Defense Cedex (FR).

- (81) États désignés (national): AE, AG, AL, AM, AU, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CN, CO, CR, CU, DM, DZ, EC, GD, GE, GH, GM, HR, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, RU, SC, SD, SG, SL, SY, TN, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) États désignés (régional): brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée:

- avec rapport de recherche internationale
- avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues
- (88) Date de publication du rapport de recherche internationale: 6 mai 2004

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(54) Title: VERY HIGH MECHANICAL STRENGTH STEEL AND METHOD FOR MAKING A SHEET THEREOF COATED WITH ZINC OR ZINC ALLOY

(54) Titre: ACIER A TRES HAUTE RESISTANCE MECANIQUE ET PROCEDE DE FABRICATION D'UNE FEUILLE DE CET ACIER REVETUE DE ZINC OU D'ALLIAGE DE ZINC

(57) Abstract: The invention concerns a very high mechanical strength steel, whereof the chemical composition comprises in wt. %: 0.060 % = C = 0.250 %; 0.400 % = Mn = 0.950 %; Si = 0.300 %; Cr = 0.300 %; 0.100 % = Mo = 0.500 %; 0.020 % = AI = 0.100 %; P = 0.100 %; B = 0.010 %; Ti = 0.050 %, the rest being iron and impurities resulting from preparation. The invention also concerns a method for making a sheet of said steel coated with zinc or zinc alloy.

(57) Abrégé: L'invention concerne un acier à très haute résistance mécanique, dont la composition chimique comprend, en % en poids: $0.060\% \le C \le 0.250\%$; $0.400\% \le Mn \le 0.950\%$; Si $\le 0.300\%$; $Cr \le 0.300\%$; $0.100\% \le Mo \le 0.500\%$; $0.020\% \le AI \le 0.100\%$; $P \ge 0.100$



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internat Application No P K 03/02641

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT N. IPC 7 C21D8/02

C22C38/04

C22C38/12

C23C2/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 C21D C22C C23C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where pradical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, CHEM ABS Data

Category °	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Oulegory	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to daim No.
X	US 2001/001049 A1 (FUJITA TORU ET AL) 10 May 2001 (2001-05-10) claims 1-11 examples 1-4	1-11
X	EP 1 193 322 A (KAWASAKI STEEL CO) 3 April 2002 (2002-04-03) claims 1-17 examples 1-5 tables 1-17	1-11
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1995, no. 07, 31 August 1995 (1995-08-31) -& JP 07 102323 A (KAWASAKI STEEL CORP), 18 April 1995 (1995-04-18) abstract -/	1-11

X Further documents are listed in the continuation of box C.	X Patent family members are listed in annex.
Special categories of cited documents: A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance E earlier document but published on or after the international filling date L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means P document published prior to the International filing date but later than the priority date claimed	 *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. *&* document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
10 March 2004	17/03/2004
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk	Authorized officer
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo ni, Fax: (+31-70) 340-3016	Vlassi, E

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

Internat: Application No R 03/02641

		F κ 03/02641
	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Х	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 479 (C-0992), 6 October 1992 (1992-10-06) -& JP 04 173945 A (KOBE STEEL LTD), 22 June 1992 (1992-06-22) abstract	1-11
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 018, no. 392 (C-1228), 22 July 1994 (1994-07-22) -& JP 06 108152 A (KOBE STEEL LTD), 19 April 1994 (1994-04-19) abstract	1-11
X	EP 1 028 167 A (KAWASAKI STEEL CO)	1-5,11
A	16 August 2000 (2000-08-16) claims 1-8 tables 1-4	6-10
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 018, no. 435 (M-1655), 15 August 1994 (1994-08-15) -& JP 06 134572 A (KAWASAKI STEEL CORP),	1-4,11
A	17 May 1994 (1994-05-17) abstract	5-10
	ID (continuation of second shoot) (bits 1000)	

IN LENIAL IONAL OFFICE INFLOR

nation on patent family members

Internation No R 03/02641

		_					
	atent document d in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
US	2001001049	A1	10-05-2001	NONE			
EP	1193322	Α	03-04-2002	CA	2368504		07-09-2001
				EP	1193322		03-04-2002
				CN	1366559		28-08-2002
				WO	0164967		07-09-2001
				JP	2002053935		19-02-2002
				TW	550296		01-09-2003
				US	2003188811		09-10-2003
				US	2003145920		07-08-2003
				US	2003047256	A1	13-03-2003
JP	07102323	A	18-04-1995	JP	2826259	B2	18-11-1998
JP	04173945	Α	22-06-1992	JP	2761095	B2	04-06-1998
JP	06108152	Α	19-04-1994	NONE			
EP	1028167	A	16-08-2000	BR	0000325		23-01-2001
				CN	1263168	A .B	16-08-2000
				EP	1028167	A2 -	16-08-2000
				JР	2000297350		24-10-2000
				KR	2000057842	Α	25-09-2000
				TW	466276	В	01-12-2001
				US	6425963	B1	30-07-2002
JP	06134572	Α	17-05-1994	JP	3270541	B2	02-04-2002

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demand ternationale No FR 03/02641

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE CIB 7 C21D8/02 C22C38/04

C22C38/12

C23C2/06

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C21D C22C C23C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche Internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data, PAJ, CHEM ABS Data

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 2001/001049 A1 (FUJITA TORU ET AL) 10 mai 2001 (2001-05-10) revendications 1-11 exemples 1-4	1-11
X	EP 1 193 322 A (KAWASAKI STEEL CO) 3 avril 2002 (2002-04-03) revendications 1-17 exemples 1-5 tableaux 1-17	1-11
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1995, no. 07, 31 août 1995 (1995-08-31) -& JP 07 102323 A (KAWASAKI STEEL CORP), 18 avril 1995 (1995-04-18) abrégé	1-11
	 -/	

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents	X Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe
Cocument definissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant leter un doute sur une reventional de	To document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constilluant la base de l'invention Xo document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité
"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée	inventive par rapport au document considéré isolément document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier & document qui fait partie de la même famille de brevets
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
10 mars 2004	17/03/2004
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,	Fonctionnaire autorisé
Fax: (+31-70) 340-3016 Formulaire PCT/ISA/210 (deuxième leuille) (juillet 1992)	Vlassi, E
Civicatio (monutaine remine) (minet 1885)	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

PC :ernationale No

02041
no, des revendications visées
io. des revenuications visces
1-11
1-11
1-5,11
6-10
1-4,11
5-10
·
1

KAPPURI DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs au

bres de familles de brevets

Demang - sternationale No PO 03/02641

Document brevet cité au rapport de recherche			Date de publication		Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication	
US	2001001049	A1	10-05-2001	AUCL	IN		
EP	1193322	Α	03-04-2002	CA	2368504 A1	07-09-	2001
				EP	1193322 A1	03-04-	
				CN	1366559 T	28-08-	
				MO	0164967 A1	07-09-	_
				JP	2002053935 A	19-02-	_
				TW	550296 B	01-09-	
				US	2003188811 A1	09-10-	
				US	2003145920 A1		
				US	2003047256 A1	13-03-	2003
JP	07102323	Α	18-04-1995	JP	2826259 B2	18-11-	1998
JP	04173945	A	22-06-1992	JP	2761095 B2	04-06-	1998
JP	06108152	Α	19-04-1994	AUCI	JN		,
FP	1028167	A	16-08-2000	BR	0000325 A	23-01-	2001
	1020107	- •	20 00 2000	CN	1263168 A	.B 16-08-	-2000
				ĒΡ	1028167 A2		-2000
				JP	2000297350 A	24-10-	-2000
				KR	2000057842 A	25-09-	
				TW	466276 B	01-12-	-2001
				US	6425963 B1	30-07-	-2002
JP	06134572	Α	17-05-1994	JP	3270541 B2	02-04-	-2002

ACIER A TRES HAUTE RESISTANCE MECANIQUE ET PROCEDE DE FABRICATION D'UNE FEUILLE DE CET ACIER REVETUE DE ZINC OU D'ALLIAGE DE ZINC

5

10

15

20

25

30

La présente invention concerne un acier à très haute résistance mécanique, ainsi qu'un procédé de fabrication d'une feuille de cet acier revêtue de zinc ou d'alliage de zinc.

Il existe plusieurs familles d'aciers à très haute résistance mécanique qui diffèrent par leurs compositions et par leurs microstructures. Ainsi, les aciers dits dual phase ont une microstructure composée de ferrite et de martensite, qui leur permet d'atteindre des résistances à la traction allant de 400 MPa à plus de 1200MPa.

Afin d'obtenir les microstructures qui permettront d'atteindre des caractéristiques mécaniques élevées, ces nuances sont assez fortement chargées en des éléments tels que le chrome, le silicium, le manganèse, l'aluminium ou le phosphore. Ces nuances posent cependant problème lorsque l'on souhaite les revêtir d'un revêtement protecteur contre la corrosion, par galvanisation au trempé à chaud, par exemple.

En effet, on observe que la surface des tôles présente une très mauvaise mouillabilité vis-à-vis du zinc ou des alliages de zinc. Les tôles comportent alors des parties non revêtues, qui constituent des zones privilégiées pour l'amorce d'une corrosion.

Pour pallier ce problème, différentes approches ont été proposées. Ainsi, on connaît des procédés consistant à effectuer un pré-revêtement d'un métal permettant de fournir une meilleure base d'accrochage pour le zinc. On a proposé à cet effet de déposer du fer, de l'aluminium, du cuivre et d'autres éléments, en général par électrodéposition. Ces procédés présentent l'inconvénient d'ajouter une étape supplémentaire avant la galvanisation proprement dite.

Il a également été proposé de faire passer les tôles dans des fours de recuit présentant, notamment, des atmosphères particulières, permettant

10

15

d'oxyder sélectivement le fer, afin de former une couche d'oxyde de fer sur laquelle le zinc se dépose bien. Un tel procédé est cependant d'un réglage très délicat et nécessite un contrôle très strict des conditions d'oxydation.

La présente invention a donc pour but de mettre à disposition une composition d'acier ne présentant pas les inconvénients des compositions de l'art antérieur, et présentant en particulier une bonne aptitude au revêtement par du zinc ou des alliages de zinc, tout en conservant des caractéristiques mécaniques élevées.

A cet effet, un premier objet de l'invention est constitué par un acier à très haute résistance mécanique, dont la composition chimique comprend, en % en poids :

$$0,060\% \le C \le 0,250\%$$

 $0,400\% \le Mn \le 0,950\%$
 $Si \le 0,300\%$
 $Cr \le 0,300\%$
 $0,100\% \le Mo \le 0,500\%$
 $0,020\% \le Al \le 0,100\%$
 $P \le 0,100\%$
 $B \le 0,010\%$
 $Ti < 0,050\%$

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

Dans un mode de réalisation préféré, l'acier comprend :

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

15

25



Ce mode de réalisation permet d'obtenir une feuille d'acier ayant une résistance à la traction de l'ordre de 450MPa.

Dans un autre mode de réalisation préféré, l'acier comprend :

$$0.080\% \le C \le 0.120\%$$

 $0.800\% \le Mn \le 0.950\%$

 $Si \le 0,300\%$

 $Cr \le 0,300\%$

 $0,150\% \le Mo \le 0,350\%$

 $0.020\% \le AI \le 0.100\%$

P < 0,100%

 $B \le 0,010\%$

Ti < 0,050%

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

Ce mode de réalisation permet d'obtenir une feuille d'acier ayant une résistance à la traction de l'ordre de 500MPa.

Dans un autre mode de réalisation préféré, l'acier comprend :

$$0,100\% \le C \le 0,140\%$$

 $0,800\% \le Mn \le 0,950\%$

 $Si \le 0,300\%$

 $Cr \le 0,300\%$

 $0,200\% \le Mo \le 0,400\%$

 $0.020\% \le AI \le 0.100\%$

 $\mathsf{P} \leq 0,100\%$

B ≤ 0,010%

 $Ti \le 0,050\%$

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

Ce mode de réalisation permet d'obtenir une feuille d'acier ayant une résistance à la traction de l'ordre de 600MPa.

Dans un autre mode de réalisation préféré, l'acier présente une microstructure constituée de ferrite et de martensite.

Un deuxième objet de l'invention est constitué par une feuille d'acier à très haute résistance mécanique conforme à l'invention, et revêtue de zinc ou d'alliage de zinc.

10

15

20

25

30

Un troisième objet de l'invention est constitué par un procédé de fabrication d'une feuille d'acier selon l'invention revêtue de zinc ou d'alliage de zinc, et qui comprend les étapes consistant à :

- élaborer une brame dont la composition est conforme à l'invention, laminer à chaud, puis à froid ladite brame pour obtenir une feuille,
- chauffer ladite feuille à une vitesse comprise entre 2 et 100°C/s jusqu'à atteindre une température de maintien comprise entre 700 et 900°C,
- refroidir ladite feuille à une vitesse comprise entre 2 et 100°C/s jusqu'à atteindre une température proche de celle d'un bain contenant du zinc ou un alliage de zinc fondu, puis
- revêtir ladite feuille de zinc ou d'un alliage de zinc par immersion dans ledit bain et la refroidir jusqu'à température ambiante à une vitesse de refroidissement comprise entre 2 et 100°C/s.

Dans un autre mode de réalisation préféré, la feuille est maintenue à la température de maintien pendant 10 à 1000 secondes.

Dans un autre mode de réalisation préféré, le bain contenant du zinc ou un alliage de zinc fondu est maintenu à une température comprise entre 450 et 480°C, et le temps d'immersion de la feuille est compris entre 2 et 400 secondes.

Dans un autre mode de réalisation préféré, le bain contient principalement du zinc.

Un quatrième objet de l'invention est constitué par l'utilisation d'une feuille à très haute résistance mécanique d'acier revêtue de zinc ou d'alliage de zinc, pour la fabrication de pièces d'automobiles.

La présente invention est basée sur le constat nouveau qu'en limitant les teneurs en manganèse, silicium et chrome aux valeurs maximum revendiquées, on peut obtenir une excellente revêtabilité des nuances ainsi produites. En fonction du niveau de caractéristiques mécaniques recherché, on ajustera les teneurs en éléments trempants tels que le carbone et le molybdène, dont on a pu constater qu'ils ne nuisent pas à cette revêtabilité.

A cet effet, on pourra par exemple utiliser la formule classique donnant le logarithme décimal de la vitesse critique de trempe V (en°C/s):

10

15

20

25

30



$$Log(V) = 4.5 - 2.7\%C\gamma - 0.95\%Mn - 0.18\%Si - 0.38\%Cr - 1.17\%Mo - 1.29(\%C x \%Cr) - 0.33(\%Cr x %Mo)$$

où $C\gamma$ représente la teneur en carbone de l'austénite avant le refroidissement.

La composition d'acier selon l'invention contient entre 0,060 et 0,250% en poids de carbone, car on a observé que pour une teneur en carbone inférieure à 0,060 %, la nuance n'était plus trempable, et ne permettait plus d'obtenir les caractéristiques mécaniques élevées recherchées. Au-delà de 0,250% en poids, le carbone détériore fortement la soudabilité de la nuance.

La composition contient également entre 0,400 et 0,950% en poids de manganèse. De même que pour le carbone, la limite inférieure est requise pour obtenir une nuance d'acier trempable, tandis que la limite supérieure doit être respectée afin d'assurer une bonne revêtabilité de la nuance.

La composition contient aussi jusqu'à 0,300% en poids de silicium. La limite supérieure doit être respectée afin d'assurer une bonne revêtabilité de la nuance.

La composition contient en outre jusqu'à 0,300% en poids de chrome. La limite supérieure doit être respectée afin d'assurer une bonne revêtabilité de la nuance.

Enfin, la composition selon l'invention doit contenir entre 0,100 et 0,500% en poids de molybdène car on a observé que pour une teneur inférieure à 0,100%, la nuance ne permettait plus d'obtenir les caractéristiques mécaniques élevées recherchées. Au-delà de 0,500% en poids, le molybdène détériore fortement la soudabilité de la nuance.

La composition peut également contenir, à titre optionnel, jusqu'à 0,010% en poids de bore que l'on protègera alors si nécessaire par une teneur de 0,050% en poids au maximum de titane. Ce dernier élément présentant une affinité pour l'azote plus importante que le bore, le piège par formation de nitrures de titane.

5 ·

10

15

20

La composition d'acier peut également contenir différents éléments résiduels inévitables, parmi lesquels on peut citer N, Nb, Cu, Ni, W, V.

On préfère en particulier limiter la teneur en azote qui peut rendre l'acier sensible au vieillissement.

Grâce à sa galvanisabilité améliorée, l'acier selon l'invention trouve notamment des applications dans le domaine de la fabrication de pièces pour l'automobile, et plus particulièrement pour la fabrication de pièces visibles telles que des éléments de carrosserie, qui présenteront un bon aspect après peinture, contrairement à ceux fabriqués jusqu'à présent avec les aciers de l'art antérieur.

La présente invention va à présent être illustrée à partir des observations et des exemples suivants, donnés à titre d'exemples non limitatifs, le tableau 1 donnant la composition chimique des aciers testés, en $10^{-3}\%$ en poids.

Tableau 1

С	Mn	Si	Cr	Мо	Al	В	Ti	N	Р	S	Cu	Ni	V
59	1195	121	491	-	38	-	-	5,4	11	2	6	23	-
83	1546	361	204	-	24	-	-	5,1	15	2	8	22	-
95	906	12	15	102	33	-	-	2,3	25	4	9	20	-
93	909	10	15	205	33	-	-	2,3	25	4	9	23	3
85	900	11	14	305	35	-	-	2,6	25	4	9	25	3
90	900	11	15	306	33	1	27	2,5	25	4	9	25	4
	59 83 95 93 85	59 1195 83 1546 95 906 93 909 85 900 90 900	59 1195 121 83 1546 361 95 906 12 93 909 10 85 900 11 90 900 11	59 1195 121 491 83 1546 361 204 95 906 12 15 93 909 10 15 85 900 11 14 90 900 11 15	59 1195 121 491 - 83 1546 361 204 - 95 906 12 15 102 93 909 10 15 205 85 900 11 14 305 90 900 11 15 306	59 1195 121 491 - 38 83 1546 361 204 - 24 95 906 12 15 102 33 93 909 10 15 205 33 85 900 11 14 305 35 90 900 11 15 306 33	59 1195 121 491 - 38 - 83 1546 361 204 - 24 - 95 906 12 15 102 33 - 93 909 10 15 205 33 - 85 900 11 14 305 35 - 90 900 11 15 306 33 1	59 1195 121 491 - 38 - - 83 1546 361 204 - 24 - - 95 906 12 15 102 33 - - 93 909 10 15 205 33 - - 85 900 11 14 305 35 - - 90 900 11 15 306 33 1 27	59 1195 121 491 - 38 - - 5,4 83 1546 361 204 - 24 - - 5,1 95 906 12 15 102 33 - - 2,3 93 909 10 15 205 33 - - 2,3 85 900 11 14 305 35 - - 2,6 90 900 11 15 306 33 1 27 2,5	59 1195 121 491 - 38 - - 5,4 11 83 1546 361 204 - 24 - - 5,1 15 95 906 12 15 102 33 - - 2,3 25 93 909 10 15 205 33 - - 2,3 25 85 900 11 14 305 35 - - 2,6 25 90 900 11 15 306 33 1 27 2,5 25	59 1195 121 491 - 38 - - 5,4 11 2 83 1546 361 204 - 24 - - 5,1 15 2 95 906 12 15 102 33 - - 2,3 25 4 93 909 10 15 205 33 - - 2,3 25 4 85 900 11 14 305 35 - - 2,6 25 4 90 900 11 15 306 33 1 27 2,5 25 4	59 1195 121 491 - 38 - - 5,4 11 2 6 83 1546 361 204 - 24 - - 5,1 15 2 8 95 906 12 15 102 33 - - 2,3 25 4 9 93 909 10 15 205 33 - - 2,3 25 4 9 85 900 11 14 305 35 - - 2,6 25 4 9 90 900 11 15 306 33 1 27 2,5 25 4 9	59 1195 121 491 - 38 - - 5,4 11 2 6 23 83 1546 361 204 - 24 - - 5,1 15 2 8 22 95 906 12 15 102 33 - - 2,3 25 4 9 20 93 909 10 15 205 33 - - 2,3 25 4 9 23 85 900 11 14 305 35 - - 2,6 25 4 9 25 90 900 11 15 306 33 1 27 2,5 25 4 9 25

* selon l'invention

Ces différentes compositions ont été élaborées sous forme de lingots de 15 kg. Les lingots ont été ensuite réchauffés à 1250°C pendant 45 minutes, puis laminés à chaud en 7 passes, la température de fin de laminage étant de 900°C.

20

Les tôles ainsi obtenues ont été refroidies par trempe à l'eau avec ralentisseur à une vitesse de refroidissement de l'ordre de 25°C/s, puis bobinées à 550°C avant d'être refroidies.

Elles ont ensuite été laminées à froid avec un taux de réduction de 70% avant de subir le cycle thermique suivant :

- chauffage à une vitesse de l'ordre de 30°C/s jusqu'à atteindre une température de maintien variant entre 770 et 810°C pendant un temps variant entre 50 et 80 secondes, pour simuler des vitesses de ligne allant de 80 à 150 m/min,
- refroidissement de la feuille à une vitesse de l'ordre de 10°C/s jusqu'à atteindre 470°C.

Les feuilles sont ensuite soumises à une galvanisation au trempé dans un bain de zinc, avec un temps de séjour dans le bain dépendant de la vitesse de ligne choisie (entre 80 et 150 m/min), puis refroidies à une vitesse de 5°C/s jusqu'à température ambiante.

Pour chaque feuille, on mesure ensuite les caractéristiques mécaniques suivantes :

- Rm : résistance à la traction en MPa

- Rel : limite d'élasticité en MPa.

- A : allongement à la rupture en %

- Ag : allongement réparti en %.

- P: palier en %,

ainsi que la proportion de martensite des feuilles (%M).

Essai 1 : Influence de la teneur en molybdène et de la présence de bore

Cette influence a été étudiée pour les nuances A à F, pour une température de maintien de 790°C et une vitesse de ligne de 120 m/min.

	Rm	Rel	Α	Ag	Р	%M
Α	480	375	28,2	18,8	2,3	1
В	540	360	28,3	17,6	-	3
C*	466	380	28,8	19,9	4,6	1
D*	526	324	29,0	18,8	0,6	4

10

15

20

E*	563	282	26,6	17,9	0	7
F*	673	393	15,2	11,8	0	6

^{*}selon l'invention

Pour les nuances selon l'invention, on constate qu'en augmentant la teneur en molybdène, on augmente la teneur en martensite, ce qui permet d'augmenter la résistance à la traction et d'abaisser la limite d'élasticité.

Par contre, l'addition de bore n'entraîne pas d'augmentation du pourcentage de martensite, mais conduit plutôt à un affinement de la martensite et des phases carburées.

Essai 2 : Influence du traitement thermique

Cette influence a été étudiée pour la nuance D pour trois vitesses de ligne et pour trois températures de maintien (en m/min):

	T maintien	V ligne	Rm	Α	%M
		80	502	29,4	1
	770	120	528	27,6	4
Nuance D		150	534	27,3	6
!		80	500	26,2	2
	790	120	526	29,0	4
		150	530	28,6	6
		80	505	29,9	3
	810	120	521	25,8	4
		150	530	26,4	6

On constate que la température de maintien et la vitesse de ligne ont une faible influence sur les caractéristiques mécaniques obtenues. Ceci présente un grand intérêt pour une application industrielle qui en doit pas être sensible à ce type de variations.



Cette influence a ensuite été étudiée pour la nuance F :

	T maintien	V ligne	Rm	Α	%M
		80	692	18,6	6
Nuance F	770	120	687	15,3	6
		150	715	13,7	6
		80	664	17,3	6
	790	120	673	15,2	6
		150	688	16,6	6
		80	634	15,9	6
	810	120	654	16,0	6
		150	666	17,7	6

On constate que l'ajout de bore à la nuance selon l'invention stabilise de façon remarquable la proportion de martensite formée qui ne varie absolument pas, quels que soient les paramètres du traitement thermique.

Essai 3 : Galvanisabilité

10

5

On galvanise au trempé à chaud des feuilles des nuances A, B, C et F et en réglant le point de rosée à -40°C. Les feuilles réalisées dans les nuances A et B présentent des manques dans leurs revêtements, au contraire des nuances C et F qui présentent des revêtements continus.

15

20



REVENDICATIONS

1. Acier à très haute résistance mécanique, caractérisé en ce que sa composition chimique comprend, en % en poids :

$$0.060\% \le C \le 0.250\%$$

$$0,400\% \le Mn \le 0,950\%$$

Si < 0,300%

Cr ≤ 0,300%

0,100% < Mo < 0,500%

 $0.020\% \le AI \le 0.100\%$

P < 0,100%

B < 0.010%

Ti < 0,050%

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

10 2. Acier selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend en outre

 $0.080\% \le C \le 0.120\%$

 $0.800\% \le Mn \le 0.950\%$

 $Si \le 0,300\%$

 $Cr \le 0,300\%$

 $0,100\% \le Mo \le 0,300\%$

 $0.020\% \le AI \le 0.100\%$

P < 0,100%

 $B \le 0,010\%$

Ti < 0,050%

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

3. Acier selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend en outre :

$$0.080\% \le C \le 0.120\%$$

 $0.800\% \le Mn \le 0.950\%$

 $Si \le 0,300\%$

 $Cr \le 0.300\%$

 $0.150\% \le Mo < 0.350\%$

 $0.020\% \le AI \le 0.100\%$

 $P \le 0,100\%$

 $B \le 0.010\%$

 $Ti \le 0.050\%$

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

4. Acier selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend en outre :

 $0,100\% \le C \le 0,140\%$

 $0,800\% \le Mn \le 0,950\%$

 $Si \le 0,300\%$

 $Cr \le 0,300\%$

 $0,200\% \le Mo \le 0,400\%$

 $0,020\% \le Ai \le 0,100\%$

 $P \le 0,100\%$

B < 0,010%

 $Ti \le 0.050\%$

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

- 5. Acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que sa microstructure est constituée de ferrite et de martensite.
 - 6. Feuille à très haute résistance mécanique d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce qu'elle est revêtue de zinc ou d'alliage de zinc.
- 7. Procédé de fabrication d'une feuille d'acier selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant à :
 - élaborer une brame dont la composition est conforme à l'une quelconque des revendications 1 à 4,

laminer à chaud, puis à froid ladite brame pour obtenir une feuille,

- chauffer ladite feuille à une vitesse comprise entre 2 et 100°C/s jusqu'à atteindre une température de maintien comprise entre 700 et 900°C,
 - refroidir ladite feuille à une vitesse comprise entre 2 et 100°C/s jusqu'à atteindre une température proche de celle d'un bain contenant du zinc ou un alliage de zinc fondu, puis
- revêtir ladite feuille de zinc ou d'un alliage de zinc par immersion dans ledit bain et la refroidir jusqu'à température ambiante, à une vitesse de refroidissement comprise entre 2 et 100°C/s.



- 8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que la feuille est maintenue à ladite température de maintien pendant 10 à 1000 secondes.
- 9. Procédé selon l'une ou l'autre des revendications 7 ou 8, caractérisé en ce que ledit bain contenant du zinc ou un alliage de zinc fondu est maintenu à une température comprise entre 450 et 480°C, et en ce que le temps d'immersion de ladite feuille est compris entre 2 et 400 secondes.
- 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 9, caractérisé en ce que ledit bain contient principalement du zinc.
- 11. Utilisation d'une feuille à très haute résistance mécanique d'acier revêtue de zinc ou d'alliage de zinc, selon la revendication 6, pour la fabrication de pièces d'automobiles.